



# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

jc760 u.s. PRO  
10/003082  
12/06/01

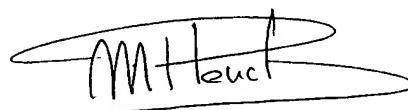


## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 12 NOV. 2001

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets



Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIETE  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersbourg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (1) 42 93 59 30  
[www.inpi.fr](http://www.inpi.fr)

**OLIFF & BERRIDGE, PLC**

P.O. BOX 19928

ALEXANDRIA, VA 22320

(703) 836-6400

APPLICANT: Dimitri CHARRÉTTE et al.

APPLICATION NO.: New U.S. Application

FILED: December 6, 2001

FOR: GAS-GENERATING PYROTECHNIC COMPOSITIONS  
WITH A HYDROCARBONACEOUS BINDER AND  
CONTINUOUS MANUFACTURING PROCESS

ATTORNEY DOCKET NO.: 111387

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

### REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

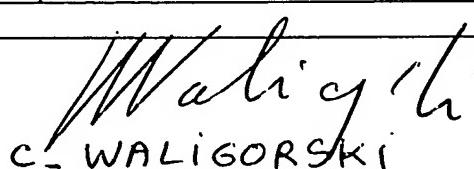
Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

08 540 W /260899

REMISE DES PIÈCES		Réservé à l'INPI
DATE	<b>22 DEC 2000</b>	
LIEU	<b>75 INPI PARIS</b>	
N° D'ENREGISTREMENT		
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI	<b>0016879</b>	
DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE	<b>22 DEC. 2000</b>	
PAR L'INPI		
<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif) <b>B.1154 - PI/D7</b>		
Confirmation d'un dépôt par télécopie <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie		
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>
Demande de brevet initiale ou demande de certificat d'utilité initiale		N° Date / / N° Date / /
Transformation d'une demande de brevet européen Demande de brevet initiale		<input type="checkbox"/> N° Date / /
<b>3 TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum)		
COMPOSITIONS PYROTECHNIQUES GENERATRICES DE GAZ A LIANT HYDROCARBONE ET PROCEDE DE FABRICATION EN CONTINU		
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation Date / / N° Pays ou organisation Date / / N° Pays ou organisation Date / / N° <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»
<b>5 DEMANDEUR</b>		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»
Nom ou dénomination sociale		SNPE
Prénoms		
Forme juridique		Société Anonyme
N° SIREN		7 1 2 0 1 3 4 3 2
Code APE-NAF		2 4 6 A
Adresse	Rue 12, Quai Henri IV	
	Code postal et ville 75004 PARIS	
Pays		FRANCE
Nationalité		Française
N° de téléphone (facultatif)		01.48.04.65.72
N° de télécopie (facultatif)		
Adresse électronique (facultatif)		

**BREVET D'INVENTION  
CERTIFICAT D'UTILITÉ**

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES PIÈCES		Réervé à l'INPI
DATE	22 DEC 2000	
LIEU	75 INPI PARIS	
N° D'ENREGISTREMENT	NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI	
		0016879
DB 540 W /260899		
<b>Vos références pour ce dossier :</b> <i>( facultatif )</i>		B. 1154 - PI/D7
<b>6 MANDATAIRE</b>		
Nom		
Prénom		
Cabinet ou Société		SNPE
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		00163
Adresse	Rue	12, Quai Henri IV
	Code postal et ville	75004 PARTS
N° de téléphone <i>( facultatif )</i>		
N° de télécopie <i>( facultatif )</i>		
Adresse électronique <i>( facultatif )</i>		
<b>7 INVENTEUR (S)</b>		
Les inventeurs sont les demandeurs		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>		
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Paiement échelonné de la redevance		Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Requise antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence):
Si vous avez utilisé l'imprimé « Suite », indiquez le nombre de pages jointes		
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE ( Nom et qualité du signataire )</b>		 C. WALIGORSKI Bernard PECH Chef du Service Propriété Industrielle PG 00163
		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI
		M. ROCHET

# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

### DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1 . / . 1.

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

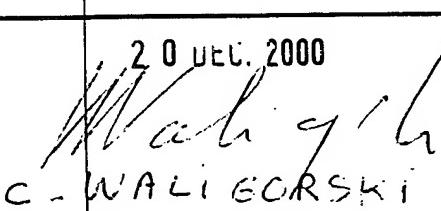
1 B 11235\*02

Vos références pour ce dossier <i>(facultatif)</i>	B.1154 - PI/D7
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL	<i>03.16 879</i>
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)	
COMPOSITIONS PYROTECHNIQUES GENERATRICES DE GAZ A LIANT HYDROCARBONE ET PROCEDE DE FABRICATION EN CONTINU	

### LE(S) DEMANDEUR(S) :

SNPE  
12, Quai Henri IV  
75181 PARIS - CEDEX 04  
FRANCE

DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).

Nom	CHARETTE	
Prénoms	Dimitri	
Adresse	Rue	34, rue de Béarn
	Code postal et ville	33700 MERIGNAC
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i>	SNPE	
Nom	CHOINET	
Prénoms	Georges	
Adresse	Rue	11, rue Buffon
	Code postal et ville	33110 LE BOUSCAT..
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i>	SNPE	
Nom		
Prénoms		
Adresse	Rue	
	Code postal et ville	
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i>		
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)	<i>20 oct. 2000</i>  <i>C. NALI GORSKI</i>	
Bernard PECH Chef du Service Propriété Industrielle		

La présente invention se rapporte au domaine technique de la génération pyrotechnique de gaz utilisables notamment dans les systèmes de protection des occupants d'un véhicule automobile au moyen de coussins qui sont gonflés par les gaz de combustion d'un chargement pyrotechnique. Plus précisément l'invention concerne des compositions pyrotechniques générant à des températures acceptables pour la sécurité automobile des gaz propres et non toxiques. L'invention concerne également un procédé de fabrication en continu de telles compositions.

Pour différents besoins pyrotechniques et notamment pour assurer un gonflement correct des coussins de protection, les générateurs pyrotechniques de gaz doivent fournir en des temps extrêmement courts, de l'ordre de trente millisecondes, des gaz propres c'est-à-dire exempts de particules solides susceptibles de constituer des points chauds pouvant endommager la paroi du coussin, et non toxiques c'est-à-dire à faible teneurs en oxydes d'azote, en oxydes de carbone et en produits chlorés.

Diverses familles de compositions pyrotechniques ont été développées dans ce but.

Un première famille concerne les compositions à base d'azoture alcalin ou alcalino-terreux en présence d'un oxydant minéral comme le nitrate de potassium ou d'un oxyde métallique. Ces compositions qui peuvent le cas échéant comporter un liant présentent des inconvénients majeurs. D'une part elles produisent lors de leur combustion beaucoup de poussières qui doivent être filtrées par des systèmes de filtration relativement importants, ce qui augmente à la fois le poids et le prix du générateur. D'autre part les

azotures sont des produits très toxiques qui présentent de surcroit la possibilité de former des azotures de plomb ou d'autres métaux lourds qui sont des explosifs primaires. Ces compositions sont donc difficiles à 5 conserver dans de bonnes conditions pendant plusieurs années dans un véhicule automobile.

Une seconde famille concerne les compositions à base de nitrocellulose et de nitroglycérine. Ces 10 compositions, encore connues sous l'appellation de « poudres à double base », sont très intéressantes car elles brûlent très vite et sans produire de poussière. Mais elles présentent toutefois l'inconvénient de ne pas être totalement stables dans le temps, et à haute 15 température.

Une troisième famille concerne les compositions dites « composites » constituées fondamentalement par un liant organique et par une charge minérale oxydante 20 comme notamment un perchlorate minéral. Ces compositions sont à priori très intéressantes car elles présentent une bonne vitesse de combustion et une excellente stabilité au vieillissement.

Il a ainsi été proposé par le brevet FR-A-2 137 619 25 ou par son correspondant US-A-3,723,205 des compositions dont le liant est un chlorure de polyvinyle et dont la charge oxydante est un perchlorate d'ammonium en présence de nitrate de sodium comme capteur interne de chlore. Néanmoins l'emploi d'un liant chloré en présence 30 de charges énergétiques est d'une mise en oeuvre délicate, notamment au plan de la sécurité et de la non toxicité des gaz générés.

35 Il a aussi été proposé des compositions composites

constituées par un liant silicone réticulable à température ambiante, encore connu sous l'appellation de liant « RTV » (Room Temperature Vulcanizable), et de perchlorate de potassium, l'atome de potassium jouant le rôle de capteur interne de chlore. De telles compositions sont, par exemple, décrites dans les brevets FR-A-2 190 776 et FR-B-2 213 254 ou dans leurs correspondants américains US-A-3,986,908 et US-A-3,964,256. Ces compositions présentent cependant l'inconvénient de générer des gaz très riches en oxygène qui ne sont pas recherchés par les constructeurs de l'industrie automobile.

Il existe aussi des compositions composites constituées par un liant silicone et par un mélange de perchlorate d'ammonium et de nitrate de sodium. De telles compositions ne contiennent pas de solvant. Elles sont par exemple décrites dans le brevet français FR-A-2 728 562 ou dans son correspondant américain US-A-5 610 444. Ces compositions génèrent bien des gaz propres, riches en azote et non toxiques mais présentent l'inconvénient de brûler à des températures très élevées et de produire un taux de résidus solides élevé.

Les procédés de fabrication des compositions existantes impliquent la présence d'un solvant pour ajuster la viscosité. L'emploi d'un solvant présente de nombreux inconvénients et notamment au niveau industriel. Le solvant doit être éliminé de la composition et cette opération risque de créer des porosités dans le chargement pyrotechnique.

L'homme du métier est donc toujours à la recherche de compositions pyrotechniques génératrices de gaz, sans solvant, et qui génèrent à des températures acceptables pour l'industrie automobile des gaz propres, non

toxiques, avec très peu de résidus solides. L'homme du métier est également à la recherche d'un procédé de fabrication continu de telles compositions, notamment sous forme de blocs.

5

L'objet de la présente invention est précisément de proposer de telles compositions ainsi qu'un procédé permettant de les mettre en oeuvre.

10 L'invention concerne donc une composition pyrotechnique génératrice de gaz comprenant un liant, un composé organique azoté, des additifs et une charge oxydante comprenant du perchlorate d'ammonium et un capteur de chlore, ledit liant étant un liant hydrocarboné à au moins deux composants, l'un des composants étant constitué par une gomme, caractérisée en ce que, lorsque la gomme est une gomme polyester, elle est associée à une résine polyester et en ce que, lorsque la gomme est une gomme acrylique, elle est associée à un de ses plastifiants.

25 On appelle gomme un polymère dont la masse moléculaire est supérieure à 200 000. Les gommes acryliques utilisées sont aussi appelées caoutchoucs acryliques ou polyacrylates. Ces gommes peuvent avoir des terminaisons réactives de type chlore/carboxyle, chlore, hydroxyl ou époxy.

30 Les gommes polyester utilisées sont des caoutchoucs avec des motifs ester et qui peuvent avoir des terminaisons réactives de type hydroxyl.

30

On appelle résine un polymère hydrocarboné dont la masse moléculaire est comprise entre 100 et 10 000.

35 Selon un premier mode préféré de réalisation, le liant est constitué par l'association d'une gomme

acrylique et d'un de ses plastifiants. Le plastifiant de la gomme acrylique est choisi dans le groupe constitué par l'adipate de dioctyle et l'azélate de dioctyle.

Un réticulant sera généralement associé au liant.

5

Selon un deuxième mode préféré de réalisation, le liant est constitué par l'association d'une gomme polyester et d'une résine polyester. Selon ce mode préféré de réalisation, la composition comprend en outre 10 un réticulant de type isocyanate.

Selon un troisième mode préféré de réalisation, le teneur pondérale des charges est supérieure ou égale à 85% du poids total de la composition. On entend par 15 charges à la fois les charges oxydantes, les composés organiques azotés et les autres additifs.

La charge oxydante comprend du perchlorate d'ammonium et un capteur de chlore. Le capteur de chlore 20 est choisi dans le groupe constitué par le nitrate de sodium, le carbonate de calcium, le carbonate de lithium, le nitrate de potassium, le nitrate de strontium, le nitrate de barium, le chlorate de potassium, le perchlorate de potassium et l'oxyde de 25 cuivre.

Un capteur de chlore préféré est le nitrate de sodium.

La composition comprend également un composé 30 organique azoté. Le composé organique azoté est choisi dans le groupe constitué par la nitroguanidine, le nitrate de guanidine, le nitrate d'aminoguanidine, l'oxamide, le dicyandiamide, le guanyluréedinitramide et les cyanamides métalliques. Préférentiellement la teneur 35 pondérale de ce composé azoté est comprise entre 3 et

15% du poids total de la composition.

Selon un quatrième mode préféré de réalisation, la composition comprend en outre un catalyseur balistique choisi dans le groupe constitué par l'oxyde de titane, l'oxyde de cuivre, le nitrate basique de cuivre, le chromite de cuivre et l'oxyde de fer. Le catalyseur balistique préféré est l'oxyde de fer. La teneur pondérale du catalyseur balistique est préférentiellement comprise entre 0% et 4% du poids total de la composition.

Il permet entre autre d'améliorer la vitesse de combustion.

Selon un cinquième mode préféré de réalisation, la composition comprend en outre un agent mouillant. Cet agent mouillant est choisi dans le groupe constitué par les organo-silanes, les titanates et les aziridines. Les organo-silanes préférés sont les trialcoylsilanes dont le groupe fonctionnel est un groupe vinyl, epoxy, amine ou métacrylique.

La teneur pondérale de l'agent mouillant est préférentiellement comprise entre 0,5% et 2% du poids total de la composition.

Ce composant permet de réduire la porosité résiduelle du produit.

Le catalyseur balistique et l'agent mouillant constituent les additifs préférés des compositions selon l'invention.

L'invention concerne également un procédé de fabrication continu et sans solvant dans un mélangeur-extrudeur bi-vis de telles compositions, caractérisé en ce que :

- le mélangeur-extrudeur bis-vis comprend un compartiment de mélange et de malaxage, un compartiment de compression et une tête d'extrusion, et en ce que,

5 - les constituants solides et liquides sont introduits dans le compartiment de mélange et de malaxage par deux ouvertures d'alimentation différentes, une ouverture d'alimentation des solides et une ouverture d'alimentation des liquides, et en ce qu'ils sont, dans ce compartiment, transportés et malaxés,  
10 puis, en ce que,

- la pâte homogène ainsi formée est dégazée dans le compartiment de compression puis extrudée, à l'aide d'une tête d'extrusion sous forme de joncs, et enfin en ce que,

15 - les joncs ainsi formés sont découpés en chargements à l'aide d'un appareil de découpe, et en ce que ces dits chargements sont mis à réticuler à une température comprise entre 100°C et 150°C.

20 Selon une variante préférée de l'invention, le composé organique azoté et la gomme sont prémélangés et introduits dans le compartiment de mélange et de malaxage par l'ouverture d'alimentation des solides.

25 Selon une autre variante préférée de l'invention, la pression du compartiment de compression est inférieure à  $50 \cdot 10^3$  Pa, soit 500 mbar.

30 La température du compartiment de mélange et de malaxage est comprise entre 15°C et 75°C.

La pression dans la tête d'extrusion est comprise entre  $6 \cdot 10^6$  Pa et  $15 \cdot 10^6$  Pa, soit entre 60 bars et 150 bars.

L'originalité fondamentale de l'invention réside dans le fait que le liant hydrocarboné comprend d'une part une gomme et d'autre part un constituant liquide qui est soit une résine, soit un plastifiant. On obtient donc un liant pâteux. Quand on incorpore à ce liant la charge oxydante, le composé organique azoté et les divers additifs, ce liant a suffisamment de tenue pour être extrudé sous forme de joncs. Il n'y a donc besoin ni d'agent épaississant, ni de solvant.

Les joncs sont ensuite découpés en chargements et la structure du liant est définitivement figée par réticulation en étuve à une température comprise entre 100°C et 150°C.

On donne maintenant une description détaillée du mode préféré de réalisation de l'invention en se référant à la figure 1 qui représente, sous forme de schéma partiellement coupé, une installation permettant la mise en oeuvre du procédé selon l'invention.

L'extrudeur-malaxeur bis-vis 1 comprend une partie amont 2 dans laquelle se situent les opérations de mélange et de malaxage de la composition, une partie aval 3 dans laquelle a lieu l'opération de dégazage de la composition et une tête d'extrusion 4.

En cours de fonctionnement, il se forme un bouchon de matière qui sépare la partie aval 2 de la partie amont 3.

Dans la suite de la présente description, on appellera la partie amont 2 « compartiment de mélange et de malaxage » et la partie aval 3 « compartiment de compression ».

La gomme et le composé organique azoté sont préémélangés.

Péférentiellement la gomme sera une gomme acrylique et le composé azoté sera du nitrate de guanidine.

5 En phase de démarrage, on introduit d'abord les constituants inertes, à savoir le plastifiant et les divers additifs. On introduit ensuite les charges oxydantes et le mélange gomme/composé organique azoté. Une fois la phase de démarrage terminée, les divers  
10 constituants sont introduits en continu dans le compartiment de mélange et de malaxage. Les solides A sont introduits sans solvant au moyen d'une trémie. Les liquides B sont introduits sans solvant au moyen d'une pompe doseuse 6. Les liquides B sont constitués par le  
15 plastifiant et l'agent mouillant. Les solides A sont le mélange gomme acrylique/nitrate de guanidine, la charge oxydante comprenant du perchlorate d'ammonium et les additifs autres que l'agent mouillant.

On utilise des particules de perchlorate d'ammonium  
20 de deux granulométries différentes. La granulométrie est comprise entre  $10\mu\text{m}$  et  $50\mu\text{m}$ .

Le perchlorate d'ammonium produisant par combustion des dérivés chlorés, il lui est adjoint un capteur de chlore. Le capteur de chlore préféré dans le cadre de  
25 l'invention est le nitrate de sodium qui fixe le chlore sous forme de chlorure de sodium de taille submicronique, donc sans risque de détérioration des parois du coussin gonflable.

Le nitrate de sodium sera également introduit par  
30 l'ouverture d'alimentation des solides A. Le ratio entre le perchlorate d'ammonium et le nitrate de sodium est compris entre 1 et 2.

Le taux de charges oxydantes est préférentiellement d'environ 80% du poids total de la composition, pour  
35 avoir une composition assez équilibrée en balance en oxygène.

La teneur pondérale des charges (c'est-à-dire charge oxydante, composé organique azoté et additifs) est supérieure ou égale à 85% du poids total de la composition. Ce sont donc des compositions à liant 5 fortement chargé. La teneur de la composition en liant et réticulant sera avantageusement voisine de 15%.

Les additifs préférés sont l'agent mouillant et le catalyseur balistique. Le catalyseur balistique préféré est l'oxyde de fer.

10 Les constituants sont transportés et malaxés dans le compartiment de mélange et de malaxage 2. Les constituants sont malaxés au moyen des éléments de malaxage 7 de manière à former une pâte homogène. La température au sein de ce compartiment est comprise 15 entre 15°C et 75°C.

La pâte formée dans le compartiment de mélange et de malaxage 2 est ensuite dégazée dans le compartiment de compression 3, sous une pression inférieure à 20  $30 \cdot 10^3$  Pa, soit 300 mbar.

Cette pâte est ensuite extrudée, au moyen d'une tête d'extrusion 4, sous forme de joncs 8. La pression dans la tête d'extrusion est de préférence voisine de 100 bars.

25 Ces joncs sont alors découpés en chargements 9 à l'aide d'un appareil de découpe 10. Ces chargements 9 sont récupérés par un tapis transporteur 11 et acheminés vers une étuve 12. Cette étuve 12 est chauffée à une température comprise entre 100 et 150°C. De préférence, 30 cette étuve est chauffée à 120°C. Les chargements restent 3 heures environ dans cette étuve de manière àachever la réticulation des constituants du liant et à figer ainsi la structure des chargements 9.

35 De façon particulièrement préférée les chargements

9 ont la forme de blocs cylindriques creux présentant le plus souvent des canaux axiaux.

Les chargements ainsi formés trouvent leur application préférentielle comme chargement pyrotechnique dans les générateurs de gaz destinés à gonfler un coussin de protection pour occupants d'un véhicule automobile. En effet, la vitesse de combustion de ces chargements, ainsi que le taux de résidus solides produits et le taux de monoxyde de carbone et d'oxydes d'azote produits conviennent particulièrement bien aux exigences de la sécurité automobile.

Les exemples qui suivent illustrent, à titre non limitatif, certaines possibilités de mise en oeuvre de l'invention.

15

#### Exemple 1

On a fabriqué selon le procédé représenté à la figure 1 la composition génératrice de gaz suivante :

20 - gomme acrylique : 5,5% du poids total de la composition  
 - plastifiant (adipate de dioctyle ou azélate de dioctyle) : 6,5% du poids total de la composition.

25 La teneur en liant est donc de 12% du poids total de la composition.

30 - perchlorate d'ammonium bigranulométrique n'exéder pas  $50\mu\text{m}$  : 60,5% en poids, le perchlorate fin étant en excès pondéral par rapport au perchlorate de plus grosse granulométrie.

- nitrate de sodium : 20% en poids

La teneur en charges oxydantes est de 80,5% en poids.

35 - nitrate de guanidine : 5% en poids

- oxyde de fer : 1,5% en poids
  - agent mouillant (vinyl silane) : 1% en poids
- La teneur pondérale des charges est de 88%.
- La température de combustion de cette composition  
5 est de l'ordre de 2400°C.

La vitesse de combustion est de 33mm/s sous 20 Mpa.

Les caractéristiques des gaz de combustion de 18g d'une telle composition sont les suivantes :

- teneur globale des gaz en résidus solides à la température de combustion : 15,5%
- teneur des gaz en monoxyde de carbone, pour un volume de 60 L : 4500 ppm
- teneur des gaz en oxydes d'azote, pour un volume de 60 L : 1000 ppm.

15

#### Exemple 2

On a fabriqué selon le procédé représenté à la figure 1 la composition génératrice de gaz suivante :

- gomme acrylique : 6,6% du poids total de la composition
- plastifiant (adipate de dioctyle ou azélate de dioctyle) : 5,5% du poids total de la composition.

25 La teneur en liant est donc de 12,1 % du poids total de la composition

- perchlorate d'ammonium bigranulométrique n'excédant pas 50µm : 58,5% en poids, le perchlorate de plus grosse granulométrie étant en excès par rapport au perchlorate fin.
- nitrate de sodium : 15,9% en poids.
- nitrate basique de cuivre : 6,5% en poids.

La teneur en charges oxydantes est de 80,9% en poids

35

- agent mouillant (vinyl silane) : 1% en poids

- nitrate de guanidine : 6% en poids

La teneur pondérale des charges est de 87,9%

La température de combustion de cette composition  
5 est de l'ordre de 2400°C .

La vitesse de combustion est de 43mm/s sous 20 Mpa.

Les caractéristiques des gaz de combustion de 18g d'une telle composition sont les suivantes :

- teneur globale des gaz en résidus solides à la 10 température de combustion : 14,6%
- teneur des gaz en monoxyde de carbone, pour un volume de 60L : 4500ppm
- teneur des gaz en oxydes d'azote, pour un volume de 60L : 1000ppm.

15

### Exemple 3

On a fabriqué selon le procédé représenté à la figure 1 la composition génératrice de gaz suivante :

- gomme polyester : 3,46% en poids
- résine polyester : 8,76% en poids
- agent réticulant (méthylène dicyclohexyl diisocyanate) : 2,78% en poids

La teneur en liant et en réticulant est donc de 15% 25 en poids

- perchlorate d'ammonium bigranulométrique n'excédant pas 50 µm : 54% en poids, le perchlorate de plus grosse granulométrie étant en excès par rapport au perchlorate fin
- nitrate de sodium : 15,5% en poids
- oxyde de cuivre : 7% en poids

La teneur en charges oxydantes est de 76,5% en poids

- nitrate de guanidine : 8,5% en poids

35 La teneur pondérale des charges est de 85%.

La température de combustion de cette composition est de l'ordre de 2400°C.

La vitesse de combustion est de 20mm/s sous 20Mpa.

Les caractéristiques des gaz de combustion de 18g  
5 d'une telle composition sont les suivantes :

- teneur globale des gaz en résidus solides à la température de combustion : 16,3%
- teneur des gaz en monoxyde de carbone, pour un volume de 60L : 4500ppm
- 10 - teneur des gaz en oxydes d'azote, pour un volume de 60L : 800ppm.

15

20

25

30

35

Revendications

1. Composition pyrotechnique génératrice de gaz comprenant un liant, un composé organique azoté, des additifs et une charge oxydante comprenant du perchlorate d'ammonium et un capteur de chlore, ledit liant étant un liant hydrocarboné à au moins deux composants, l'un des composants étant constitué par une gomme, caractérisée en ce que, lorsque la gomme est une gomme polyester, elle est associée à une résine polyester et en ce que, lorsque la gomme est une gomme acrylique, elle est associée à un de ses plastifiants.
2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le plastifiant de la gomme acrylique est choisi dans le groupe constitué par l'adipate de dioctyle et l'azélate de dioctyle.
3. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que lorsque le liant est constitué par l'association d'une gomme polyester et d'une résine polyester, la composition comprend en outre un réticulant de type isocyanate.
4. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que la teneur pondérale des charges constituées par le composé organique azoté, les additifs et la charge oxydante, est supérieure ou égale à 85% du poids total de la composition.
5. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que ledit capteur de chlore est choisi dans le groupe constitué par le nitrate de sodium, le carbonate de calcium, le carbonate de lithium, le nitrate de potassium, le nitrate de strontium, le nitrate de

barium, le chlorate de potassium, le perchlorate de potassium et l'oxyde de cuivre.

6. Composition selon la revendication 5, caractérisée en ce que le capteur de chlore est le nitrate de sodium.

7. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que ledit composé organique azoté est choisi dans le groupe constitué par la nitroguanidine, le nitrate de guanidine, le nitrate d'aminoguanidine, l'oxamide, le dicyandiamide, le guanyluréedinitramide et les cyanamides métalliques.

8. Composition selon la revendication 1 caractérisée en ce qu'elle comprend en outre un catalyseur balistique choisi dans le groupe constitué par l'oxyde de titane, l'oxyde de cuivre, le nitrate basique de cuivre, le chromite de cuivre et l'oxyde de fer.

9. Composition selon la revendication 1 caractérisée en ce qu'elle comprend en outre un agent mouillant choisi dans le groupe constitué par les organo-silanes, les titanates et les aziridines.

10. Procédé de fabrication en continu, sans solvant, dans un mélangeur-extrudeur bi-vis (1) de compositions pyrotechniques selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 caractérisé en ce que :

- le mélangeur-extrudeur bi-vis (1) comprend un compartiment de mélange et de malaxage (2), un compartiment de compression (3) et une tête d'extrusion (4), et en ce que
- les constituants solides (A) et liquides (B) sont introduits dans le compartiment de mélange et de

malaxage (2) par deux ouvertures d'alimentation différentes, une ouverture d'alimentation des solides et une ouverture d'alimentation des liquides, en ce qu'ils sont, dans ce 5 compartiment, transportés et malaxés, puis, en ce que,

- la pâte homogène ainsi formée est dégazée dans le compartiment de compression (3) puis extrudée, à l'aide d'une tête d'extrusion (4) sous forme de 10 joncs (8), et enfin en ce que,
- les joncs ainsi formés (8) sont découpés en chargements (9), à l'aide d'un appareil de découpe (10), et en ce que ces dits chargements 15 (9) sont mis à réticuler à une température comprise entre 100°C et 150°C.

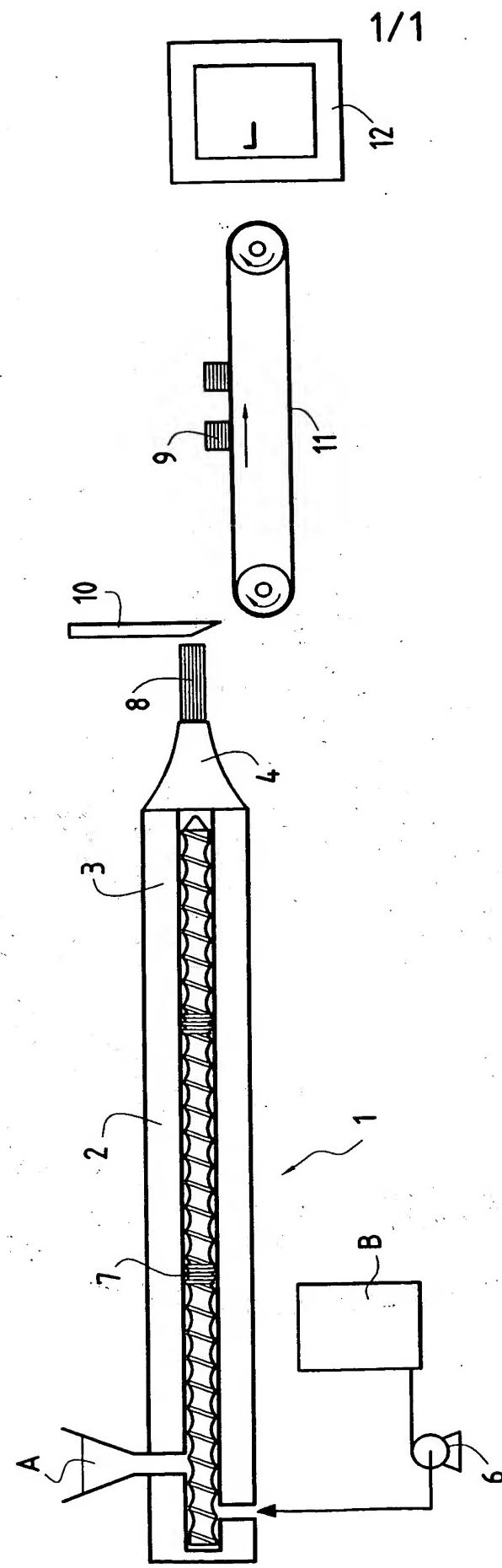
11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que le composé organique azoté et la gomme sont 20 prémélangés et introduits dans le compartiment de mélange et de malaxage (2) par l'ouverture d'alimentation des solides.

12. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que la pression du compartiment de compression (3) est 25 inférieure à  $50.10^3$ Pa.

13. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que la température du compartiment de mélange et de malaxage (2) est comprise entre 15°C et 75°C.

30 14. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que la pression dans la tête d'extrusion (4) est comprise entre  $6.10^6$ Pa et  $15.10^6$ Pa.

FIG.1



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**